

German laid-open application

Removal of interfering components from the solvent circulation of gas scrubbers

Method for the removal of interfering high-boiling or else solid components from the solvent circulation of regenerable absorption processes, for example gas scrubbers, liquid/liquid extractions or extractive distillations, in which the solvent is regenerated by stripping the absorbed components in at least one regeneration stage, the solvent comprising at least one high-boiling main component and one lower-boiling minor component, having the steps:

- a reboiler (10, 10a, 10b, 16) operating as a pulsed evaporator, so that the components to be removed are first enriched in it or its circulation and are then ejected from the process,
- to this reboiler or to these reboilers operating as evaporator is fed, in addition to the solvent stream to be evaporated, a further stream (via line 14), which further stream consists of the lower-boiling minor component of the solvent or in which this minor component is at least enriched, and
- the vapour generated in this reboiler or these reboilers operating as evaporator (10, 10a, 10b, 16) is used in the regeneration stage as stripping vapour.

The invention achieves the fact that to remove interfering high-boiling components, only small expenditure in terms of apparatus and connections is necessary.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑬ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 196 31 332 A 1**

⑳ Aktenzeichen: 196 31 332.5
㉑ Anmeldetag: 2. 8. 96
㉒ Offenlegungstag: 27. 11. 97

⑤ Int. Cl.⁸:
B 01 D 53/14
B 01 D 5/00
B 01 D 3/40
B 01 D 11/04
B 01 D 47/00

DE 196 31 332 A 1

⑥ Innere Priorität:
196 20 452.6 21.05.98
⑦ Anmelder:
Linde AG, 65189 Wiesbaden, DE

⑧ Erfinder:
Becker, Hans, Dr.-Ing., 81479 München, DE

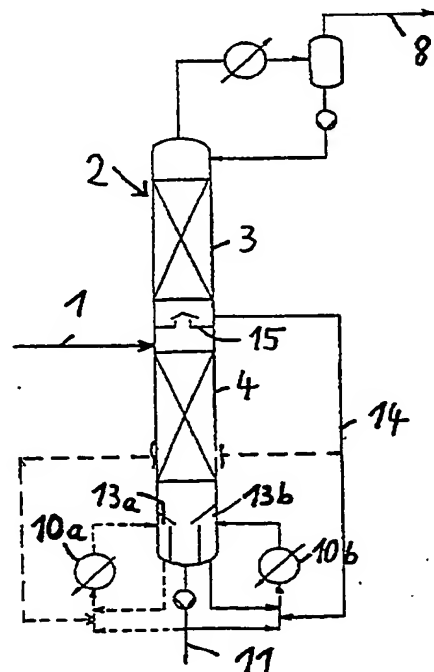
BEST AVAILABLE COPY

⑤ Entfernung störender Komponenten aus dem Lösemittelkreislauf von Gaswäschen

⑦ Verfahren zum Entfernen störender schwer siedender oder auch fester Komponenten aus dem Lösemittelkreislauf von regenerierbaren Absorptionsprozessen, wie z. B. Gaswäschen, Flüssig/flüssig-Extraktionen oder Extraktivdestillationen, bei denen die Regenerierung des Lösemittels durch Abstreifen der absorbierten Komponenten in zumindest einer Regenerierstufe erfolgt, das Lösemittel zumindest je eine schwerer siedende Hauptkomponente und eine leichter siedende Nebenkomponeute enthält, mit den Schritten:

- ein Aufkocher (10, 10a, 10b, 16) arbeitet als taktweise betriebener Eindampfer, so daß die zu entfernenden Komponenten in ihm oder in seinem Kreislauf zunächst angereichert und dann aus dem Prozeß ausgeschleust werden,
- diesem oder diesen als Eindampfer arbeitenden Aufkochern wird neben dem einzudampfenden Lösemittelstrom noch ein weiterer Strom (über Leitung 14) zugeführt, der aus der leichter siedenden Nebenkomponeute des Lösemittels besteht oder in dem diese Nebenkomponeute zumindest angereichert ist, und
- der in diesem oder diesen als Eindampfern arbeitenden Aufkochern (10, 10a, 10b, 16) erzeugte Dampf wird in der Regenerierstufe als Strippdampf verwendet.

Mit der Erfindung wird erreicht, daß zur Entfernung störender schwer siedender Komponenten nur ein geringer apparativer und schaltungstechnischer Aufwand notwendig ist.



Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 10. 97 702 048/532

13/26

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Entfernen störender schwer siedender oder auch fester Komponenten aus dem Lösemittelkreislauf von regenerierbaren Absorptionsprozessen, wie z. B. Gaswäschen, Flüssig/flüssig-Extraktionen oder Extraktivdestillationen nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1.

Sowohl chemisch als auch physikalisch wirkende, regenerierbare Absorptionsprozesse werden normalerweise thermisch regeneriert, d. h. die im Absorptionsschritt aus dem zu reinigenden Medium aufgenommenen Komponenten werden bei der Regenerierung aus dem Lösemittel durch thermisches Strippen wieder entfernt.

Bei Absorptionsprozessen dieser Art — gleich ob chemisch oder physikalisch wirkend — muß stets dafür gesorgt werden, daß sich keine unerwünschten Stoffe im Lösemittelkreislauf anreichern. Solche Stoffe können entweder mit dem zu reinigenden Medium in den Lösemittelkreislauf eingetragen werden, oder aber z. B. durch chemische Reaktionen erst im Lösemittelkreislauf selbst entstehen. Ein besonderes Problem sind dabei stets Komponenten mit einem höheren Siedepunkt als das Lösemittel selbst sowie Salze, Säuren und Feststoffen, da diese Komponenten bei der thermischen Regenerierung regelmäßig im Lösemittel verbleiben und sich damit im Lösemittelkreislauf anreichern.

Je nach der Art der sich im Lösemittel anreichernden Komponenten wurden diese bisher durch verschiedene Methoden aus den Kreisläufen ausgeschleust. Zu nennen sind hier insbesondere:

- Filtrierung gegen Feststoffe,
- Extraktion (vor allem gegen Hochsieder),
- Verdampfung eines Teilstromes des Lösemittels
- z. B. bei chemischen Gaswäschen in einem sog. Reclaimer,
- Eliminierung durch geeignete Membranen,
- Adsorption an Aktivkohle oder an geeigneten Molekularsieben,
- Ionentauscher gegen gelöste Salze, Säuren und Basen in wäßrigen Systemen
- Elektrodialyse gegen gelöste Salze, Säuren und Basen in wäßrigen Systemen.

Neben der Filtrierung — die natürlich nur Feststoffe ausschleust und daher erst dann wirksam ist, wenn es schon zu einem Feststoffausfall gekommen ist, — ist die Verdampfung eines Teilstromes des Lösemittels die wohl am häufigsten verwendete Methode, um die Anreicherung unerwünschter Komponenten zu begrenzen. Sie hat ihre Einsatzgrenzen jedoch dort, wo das Lösemittel bei seiner Siedetemperatur entweder selbst nicht mehr genügend stabil ist oder durch andere Reaktionen (z. B. Hydrolyse) zerstört wird. In diesen Fällen behelft man sich bisher dadurch, daß man die Verdampfung des Teilstromes im Vakuum durchführte.

Alle anderen obengenannten Methoden bedingen eigene, relativ umfangreiche zusätzliche Verfahrensschritte und sind daher ziemlich aufwendig.

Das bisher meist angewendete Verfahren der Teilstromverdampfung wurde z. B. in der Weise durchgeführt, daß parallel zu dem Aufkocher der Regenerierkolonne ein sog. "Reclaimer" geschaltet wird. Eine solche Verfahrensführung ist — für den Fall einer chemischen Gaswäsche — in dem Buch A.L. Kohl, F.C. Riesenfeld, Gas Purification, 4th Edition, 1985, Gulf Publishing

Company, S. 137 — 140, beschrieben. Fig. 1 zeigt eine entsprechende Anordnung. Gezeigt ist dort die Regeneriersäule 2 mit der Leitung 1, über die beladenes Lösemittel der Regeneriersäule 2 zugegeben wird. Die Regeneriersäule ist hier in zwei Teile geteilt. Der obere Teil ist der Lösemittelrückwaschabschnitt 3, der untere Teil ist der Lösemittelregenerierabschnitt 4. Am Kopf der Säule ist der Kopfkondensator 5 angeordnet, aus dem das teilweise kondensierte Kopfprodukt der Strippkolonne 2 über die Leitung 6 in den Abscheider 7 geleitet wird. Im Abscheider 7 trennen sich die abgestripten gasförmigen Komponenten vom Kondensat und werden über Leitung 8 abgegeben, während über Leitung 9 das Kondensat auf die Säule 2 zurückgegeben wird. Am Sumpfboden der Regeneriersäule 2 ist der Aufkocher, hier der Thermosyphon 10 angeordnet, der hier z. B. mit Dampf beheizt wird. Über eine Pumpe 17 und Leitung 11 wird regeneriertes Lösemittel abgezogen. Zum Entfernen störender Komponenten ist der Reclaimer 12 vorgesehen. Aus dem Sumpf der Regenerierkolonne 2 wird ein kleiner Lösemittelteilstrom (typisch 1 bis 5% des Lösemittelumlaufes) abgezweigt, in den Reclaimer 12 gegeben und dort nahezu vollständig verdampft. Der im Reclaimer erzeugte Dampf kann als zusätzlicher Strippdampf in der Regenerierkolonne 2 verwendet werden. Zurück bleiben im Reclaimer 12 alle Feststoffe, Salze und Hochsieder.

Bei der Teilstromverdampfung muß man folgende Nachteile in Kauf nehmen:

- Bei den Absorptionsprozessen werden normalerweise hochsiedende Lösemittel bevorzugt, weil sich dadurch die dampfdruckbedingten Lösemittelverluste gering halten lassen. Falls bei diesen Lösemitteln eine Teilstromverdampfung unter Normaldruck durchgeführt wird, führt dies durchwegs zu so hohen Temperaturen, daß mit einer zumindest partiellen Schädigung des Lösemittels gerechnet werden muß. In manchen Fällen ergeben sich durch die Art der auszuschleusenden Komponenten in Verbindung mit hohen Temperaturen sogar nicht tolerierbare Sicherheitsrisiken. Durch Verdampfen im Vakuum können hohe Temperaturen zwar vermieden werden, der dazu nötige Aufwand, sowohl auf der apparativen als auch auf der betrieblichen Seite, ist aber beträchtlich.

— Jede Teilstromverdampfung in einem Reclaimer stellt eine diskontinuierliche Aufkonzentrierung der auszuschleusenden Komponenten dar, die z. B. beendet werden muß, wenn die Löslichkeitsgrenzen erreicht sind. Der dann noch in dem Eindampfungsgefäß vorhandene Lösemittelrest verursacht einen Lösemittelverlust, der oft einen beträchtlichen Wert hat.

— Leichtere, löslichkeitsvermittelnde Komponenten des Lösemittels (ggf. z. B. Wasser) verdampfen vor dem eigentlichen Lösemittel, so daß durch den Verdampfungsvorgang die Löslichkeit der auszuschleusenden Komponenten reduziert wird und diese nur durch Verringerung ihrer Konzentration in Lösung gehalten werden können.

Aus den verschiedensten Gründen werden die für Absorptionsprozesse verwendeten hochsiedenden Lösemittel häufig mit anderen niedrig siedenden Flüssigkeiten gemischt, meistens mit Wasser. Im Aufkocher 10 (Fig. 1) der Regenerierkolonne 2 verdampft der niedriger siedende Anteil vorzugsweise und bildet dann auch

den Großteil des Strippdampfes. Dieser Strippdampf wird im Kopfkondensator 5 niedergeschlagen, von den abgestrippten (gasförmig verbliebenen) Komponenten abgetrennt und normalerweise über Leitung 9 zur Rückwaschung von schwer siedenden Lösemittelresten auf den Kopf der Regenerierkolonne 2 aufgegeben.

Aufgabe der Erfindung ist es, für solche Lösemittel, die eine schwerer siedende Hauptkomponente und eine leichter siedende Nebenkomponeute enthalten, ein Verfahren zum Entfernen störender schwerer siedender Komponenten zu entwickeln, das die o.g. Nachteile nicht hat.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst von einem Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1. Ausführungen des erfindungsgemäßen Verfahrens und eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens sind Gegenstände von Unteransprüchen.

Die Erfindung wird anhand der Fig. 2 bis 7 näher erläutert. Diese Figuren zeigen Schaltungen von Regenerierkolonnen mit erfindungsgemäßem Verfahrensbetrieb.

Der Kern der Erfindung besteht darin, daß die Aufkonzentrierung der auszuschleusenden Komponenten nicht mehr in einem separaten Reclaimer stattfindet, sondern in mindestens einem der normalen Aufkocher der Regenerierkolonne, der allerdings anders geschaltet wird. Die andersartige Schaltung des Aufkochers besteht einmal darin, daß dem Aufkocher neben einem Lösemittelstrom aus dem Sumpf des betreffenden Regenerierabschnittes (der die auszuschleusenden Komponenten enthält) noch ein weiterer Strom zugeführt wird, der vor allem aus der leichter siedenden Nebenkomponeute besteht, zum anderen darin, daß der Aufkocher in der Art eines Verdampfers betrieben wird, d. h. die ihm zugeführten Flüssigkeiten werden nahezu vollständig verdampft. Von der leichter siedenden Nebenkomponeute wird dem Aufkocher möglichst viel zugeführt, von der schwerer siedenden bevorzugt nur soviel, wie zur Ausschleusung der unerwünschten Lösemittelkomponenten notwendig ist.

Fig. 2a zeigt eine Ausführung der Erfindung mit einer Regenerierkolonne 2. Um eine kontinuierliche Versorgung der Regenerierkolonne 2 mit Strippdampf zu ermöglichen, werden bei dieser Regenerierkolonne anstelle eines Reclaimers und eines normalen Aufkochers (wie in Fig. 1) zwei Aufkocher, hier die beiden Thermosyphone 10a und 10b, am Sumpfe der Kolonne angeordnet. Diese Aufkocher 10a, 10b werden abwechselnd so betrieben, daß jeweils einer die Kolonne 2 mit Strippdampf versorgt, wobei in ihm die auszuschleusenden Komponenten angereichert werden, während der andere "regeneriert" wird. Jedem der Aufkocher 10a und 10b ist in der Kolonne 2 je eine Auffangkammer 13a bzw. 13b für die umgewälzte Flüssigkeit zugeordnet. Durch diese Anordnung wird bewirkt, daß die Thermosyphons wie reine Verdampfer arbeiten. Die durchgezogenen Linien sind die, die gerade in Betrieb sind; gestrichelt gezeichnete Linien werden bei diesem Takt gerade nicht betrieben. In Fig. 2 bedient momentan der Aufkocher 10b die Regeneriersäule 2 mit Strippdampf, während aus dem Aufkocher 10a z. B. gerade die mit auszuschleusenden Komponenten angereicherte Flüssigkeit abgezogen wird (nicht dargestellt). Dies heißt, daß im Aufkocher 10b die störenden Komponenten gerade aufkonzentriert werden. Nach ausreichender Aufkonzentrierung wird auf den anderen Aufkocher 10a umgeschaltet und die störenden Komponenten werden aus

dem Thermosyphon 10b ausgeschleust.

Die erfindungsgemäße Zufuhr des mit der niedriger siedenden Nebenkomponeute des Lösemittels angereicherten Stroms in die als Verdampfer arbeitenden Aufkocher erfolgt hier über Leitung 14, wobei dieser Strom im Prozeß selbst erzeugt wird: Der niedriger siedende Lösemittelanteil (meist Wasser) wird am unteren Ende des Lösemittelrückwaschabschnitts 3 über einen Kaminboden 15 aus der Regenerierkolonne 2 abgezogen und zusammen mit einem kleinen Teilstrom an Lösemittel aus dem Sumpf der Regenerierkolonne 2 direkt dem Aufkocher zugeführt.

Fig. 2b zeigt eine Variante zu der Ausführung der Fig. 2a, bei der ein Teilstrom der leichter siedenden Nebenkomponeute des Lösemittels den Aufkochern von außen (über Leitungen 31 und 14) zugeführt wird, während an geeigneter anderer Stelle des Verfahrens — hier über die Leitungen 9 und 32 — zum Ausgleich der Massenbilanz eine äquivalente Menge der leichter siedenden Nebenkomponeuten aus dem Prozeß ausgeschleust wird. Für dies Verfahrensführung kann es mehrere Gründe geben, sie empfiehlt sich z. B. immer dann, wenn der aus dem Prozeß stammende Strom, in dem die leichter siedende Nebenkomponeute des Lösemittels zumindest angereichert ist, Stoffe enthält, die man ebenfalls aus dem Prozeß entfernen möchte. Selbstverständlich sind auch Verfahrensführungen möglich, bei denen der Strom, in dem die leichter siedende Nebenkomponeute des Lösemittels zumindest angereichert ist, vollständig von außen den Aufkochern zugeführt wird.

Fig. 3 entspricht der Ausführung der Fig. 2a, allerdings sind als Aufkocher hier die zwei Kettle-Typ-Verdampfer 16a und 16b vorgesehen.

Wenn bei den Anordnungen der Fig. 2a, b und 3 die auszuschleusenden Komponenten die zulässige Konzentration in dem jeweils gerade betriebenen Aufkocher erreicht haben, wird zunächst die Zufuhr des Lösemittels aus dem Sumpf der Regenerierkolonne 2 beendet, die der niedrig siedenden Flüssigkeit (meist Wasser) jedoch noch so lange fortgesetzt, bis das Lösemittel aus dem Aufkocher nahezu völlig verdampft ist. Der Aufkocher enthält dann eine Lösung der auszuschleusenden Komponenten in der niedrig siedenden Flüssigkeit (z. B. Wasser), die abgezogen und — falls erforderlich — geeignet weiterbehandelt wird. Bevor der erste Aufkocher zum Ablassen seines aufkonzentrierten Inhaltes außer Betrieb genommen wird, wird schon der andere, parallel, gestartet, so daß die Regenerierkolonne 2 kontinuierlich mit Strippdampf versorgt werden kann.

Gegenüber der normalen Teilstromverdampfung hat das vorgeschlagene Verfahren folgende Vorteile:

— Dadurch, daß eine kleine Menge hochsiedendes Lösemittel zusammen mit der gesamten für die Lösemittelregenerierung notwendigen Menge der leichter siedenden Flüssigkeit verdampft wird, können hohe Temperaturen im Aufkocher mit Sicherheit vermieden werden, im Gegenteil, die sich einstellenden Temperaturen werden in den meisten Fällen niedriger sein als in einem normalen Aufkocher.

— Anders als z. B. bei der Vakuumdestillation kann die gesamte zur Aufkonzentration der auszuschleusenden Komponenten notwendige Wärme voll für die Lösemittelregenerierung nutzbar gemacht werden oder anders ausgedrückt: mit der für die Regenerierung sowieso notwendigen Energie kann zusätzlich auch noch die Ausschleusung betrieben

werden.

— Falls es sich bei der niedriger siedenden Flüssigkeit um Wasser und bei den auszuschleusenden Komponenten um Salze handelt, kann durch den vergleichsweise hohen Wassergehalt im Aufkocher ein Ausfall dieser Salze viel leichter vermieden werden als bei der normalen Teilstromverdampfung in einem Reclaimer.

— Dadurch, daß erfindungsgemäß (sowie in den Fig. 2a/b und 3 dargestellt) die niedriger siedende Nebenkompente des Lösemittels an dem eigentlichen Regenerierabschnitt vorbeigeführt wird, ergeben sich im Regenerierabschnitt höhere Temperaturen, wodurch die Regenerierung erleichtert wird.

Fig. 4 zeigt eine Ausführungsform mit getrennter Regenerierung des Lösemittels und des niedriger siedenden Anteils. Eine solche Anordnung wird gewählt, falls durch den Absorptionsprozeß sehr hohe Reinheiten im gereinigten Medien erreicht werden müssen und die aus dem Lösemittel abzustrippenden Komponenten eine zu hohe Löslichkeit in der leichter siedenden Nebenkompente des Lösemittels haben. Dann kann der leichter siedende Lösemittelanteil, nachdem er den Rückwaschabschnitt 3a durchlaufen hat, im Abschnitt 3b einer eigenen Strippung unterzogen werden und die Regenerierung des Lösemittels im Abschnitt 4 erfolgt mit praktisch beliebig "sauberem" Strippdampf. Vorteilhaft wird diese Strippung in die Regenerierkolonne integriert — so wie in Fig. 4 dargestellt — und mit einer kleinen Dampfmenge aus dem Sumpf der Regenerierkolonne (die über Leitung 18 dem Abschnitt 3b zugeführt wird) durchgeführt. Bei dieser Ausführung umgeht der Dampf aus dem Regenerierabschnitt 4 des Lösemittels den Abschnitt 3b (in dem die leichte Komponente regeneriert wird) und wird dann in Abschnitt 3a zusammen mit dem Dampf aus 3b durch rücklaufende verflüssigte leichte Komponente von Lösemittelresten befreit.

Fig. 5 zeigt eine Ausführung, bei der durch den Aufkocher der Regenerierkolonne 2 auch der Gehalt an leichter siedender Komponente im regenerierten Lösemittel eingestellt werden kann. Normalerweise wird das zu regenerierende Lösemittel der Regenerierkolonne 2 mit einer niedrigeren Temperatur als der Sumpftemperatur der Regenerierkolonne 2 zugeführt. Während das Lösemittel die Regenerierkolonne 2 nach unten durchströmt, erwärmt es sich, indem Dampf der leichteren Komponente in die Flüssigkeit kondensiert. Um den Gehalt an leichter siedender Komponente im Lösemittelkreislauf auf dem Sollwert zu halten, muß der Überschuß an leichter Komponente wieder aus dem Lösemittel entfernt werden. Normalerweise geschieht dieses durch den Aufkocher. Dies kann auch mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erreicht werden, z. B. indem man die beiden Aufkocher 16a und 16b nach dem in Fig. 5 dargestellten Prinzip schaltet und beide gleichzeitig, aber alternativ so betreibt, wie durch die durchgezogenen (in dieser Phase benutzte Leitungen) bzw. strichlierten Linien (in dieser Phase nicht benutzte Leitungen) angedeutet. Der im Modus A betriebene Aufkocher 16a wird zur Reduzierung des Gehaltes an leichter Komponente im Lösemittel benutzt. Dazu wird das Lösemittel aus der Kolonne abgezogen (in der Fig. 5 z. B. über den Kaminboden 20), dem Tauscher (Aufkocher 16a) im Betriebsmodus A zugeführt, wobei nur soviel Wärme zugeführt wird, daß gerade der Überschuß an leichter Komponente verdampft. Dieser Dampf strömt über

Leitung 22a in den Sumpf der Kolonne 2, während das nicht verdampfte Lösemittel über ein Wehr 23a im Aufkocher 16a in den Raum 24a strömt, der im Betriebsmodus A mit dem Sumpf 25 der Kolonne 2 kommuniziert.

In der in Fig. 5 gezeigten Ausführung dient der Sumpf der Kolonne als Vorlage für die Pumpe 17, über die das regenerierte Lösemittel abgezogen wird. Von der Druckseite der Pumpe 17 wird ein kleiner Lösemittelteilstrom über die Leitung 26b abgezweigt und dem im Betriebsmodus B arbeitenden Aufkocher 16b zugeführt. Der jeweils im Modus B arbeitende Aufkocher wird als reiner Verdampfer betrieben und zur Ausschleusung der unerwünschten Komponenten benutzt. Über Leitung 14 wird ihm die leichtere Komponente aus dem Lösemittelrückwaschabschnitt 3 zugeführt.

Im Übergang zwischen den beiden Betriebsphasen wird der eine, bisher im Modus B betriebene Tauscher 16b abgeschlammmt. Während des Abschlammvorgangs erzeugt der andere Tauscher (16a) den gesamten, in der Regenerierkolonne 2 benötigten Strippdampf, wird aber noch in der bisherigen Schaltung weiterbetrieben (mit Lösemittel vom Kaminboden 20 versorgt). Ihm wird aber schon der Gesamtstrom der leichter siedenden Komponente (über Leitung 14) zugeführt.

Die beiden Aufgaben, unerwünschte schwere Komponenten aus dem Lösemittelkreislauf auszuschleusen und gleichzeitig die Konzentration der leichter siedenden Nebenkompente im Kreislauf einzustellen, können unter Wahrung der Erfindungsgedanken mit zahlreichen weiteren Schaltungen gelöst werden. Für eine, beiden Anforderungen gleichzeitig und quasi kontinuierlich gerecht werdende Schaltung braucht man jedoch mindestens 2 Aufkocher, die sich aber — so wie z. B. in Fig. 5 dargestellt — in der Erledigung dieser Aufgabe ablösen können, aber nicht müssen. Aus der Vielzahl der Möglichkeiten seien nur noch die folgenden dargestellt:

Um Investitionskosten zu sparen, kann es z. B. günstig sein, entsprechend der Fig. 6a zu arbeiten. In Fig. 6a ist ein normaler Aufkocher, z. B. der Thermosyphon 10, mit einem Kettle-Typ-Aufkocher 16 kombiniert. Bei dieser Anordnung wird der Thermosyphon 10 (in der Ausführung der Fig. 6a für einmaligen Lösemitteldurchlauf geschaltet, der alternativ aber auch als Umlaufverdampfer ausführbar wäre) stets zur Einstellung des Gehalts an leichter Komponente benutzt, während der Kettle-Typ-Aufkocher 16 nur zur Ausschleusung der unerwünschten schweren Komponenten dient.

Zu dem Ausführungsbeispiel der Fig. 6a gibt es wieder mehrere Untervarianten, die sich einmal durch die Art der eingesetzten Aufkocher unterscheiden, zum anderen aber auch durch die Art ihrer Regelung. Bei der Schaltung nach Fig. 6a müßte zweckmäßiger Weise während der kurzen Zeit, in der die aufkonzentrierten auszuschleusenden Komponenten aus dem Aufkocher 16 abgeschlammmt werden, der Aufkocher 10 die volle Versorgung mit Strippdampf übernehmen.

Wählt man jedoch die Variante nach Fig. 6b, dann ist ein kontinuierlicher Betrieb beider Tauscher möglich. Dieser kontinuierlicher Betrieb wird z. B. durch folgendes Regelkonzept erreicht: Sobald in der im System des Tauschers 16 (bestehend aus dem Thermosyphon 16, der Auffangkammer 13 sowie den zugehörigen Rohrleitungen) umlaufenden Flüssigkeit die Konzentration an auszuschleusenden Komponenten den zulässigen Wert erreicht hat, wird zunächst das Ventil V1 geschlossen, so daß die Zufuhr von Lösemittel zum Tauschersystem unterbrochen ist. Da jedoch das Tauschersystem weiterhin über Leitung 14 mit dem Strom, der die leichter siedenden

de Komponente enthält, im erforderlichen Umfang versorgt wird, wird durch den weiteren Betrieb die Konzentration der schwerer siedenden Komponente im System zunehmend verringert. Wenn diese niedrig genug ist, kann abgeschlämmt werden. Der Abschlammvorgang wird durch Öffnen des Ventils V2 eingeleitet. Gleichzeitig wird das Umlaufventil V3 geschlossen. Um während des Abschlammvorganges die Versorgung der Regenerierkolonne mit Strippdampf aus dem Tauscher 16 aufrecht erhalten zu können, wird dem Tauscher 16 während des Abschlammvorganges die leichter siedende Nebenkomponekte des Lösemittels (zumeist siedendes Wasser) von außen her zugeführt und zwar in etwa einer solchen Menge, daß der Flüssigkeitszulauf zum Thermosyphon gleich bleibt.

Der Aufkocher 10 der Fig. 6b, über den die Konzentration an der leichter siedenden Nebenkomponekte im Lösemittel eingestellt wird, muß nicht notwendigerweise im Sumpf der Regenerierkolonne angeordnet sein. In manchen Fällen ist es günstiger, ihn z. B. als Seitenaufkocher des Regenerierabschnittes 4 zu konzipieren.

Fig. 6c zeigt eine entsprechende Anordnung, mit geteiltem Regenerierabschnitt 4a, 4b, bei der die Konzentration an leichter siedender Komponente im zu regenerierenden Lösemittel im Abschnitt 4b besonders niedrig und damit die Temperaturen besonders hoch sind, so daß dadurch die Regenerierung in manchen Fällen mit einer geringeren Strippdampfmenge bewerkstelligt werden kann.

Bei manchen Absorptionsprozessen ist bereits eine erste Regenerierstufe in den untersten Abschnitt der Absorberkolonne eingebaut. Meist dient dieser Abschnitt dann dazu, koabsorbierte Teile des Raffinatstromes abzustrippen, um die Ausbeute zu erhöhen oder um die Extraktqualität zu verbessern. Selbstverständlich kann auch ein zu einem solchen ersten Regenerierabschnitt gehöriger Aufkocher erfindungsgemäß ausgestaltet werden, so daß er dann zur Ausschleusung unerwünschter schwer siedender Komponenten geeignet ist.

Fig. 7 zeigt als ein mögliches Ausführungsbeispiel eine entsprechende Prinzipskizze für eine Gaswäsche (das jedoch für eine Extraktivdestillation oder eine Flüssig/flüssig-Extraktion ganz ähnlich aussehen würde): Das zu reinigende Gas gelangt über Leitung 41 in die Absorberkolonne 40, die aus dem Absorptionsabschnitt 43, dem Lösemittelrückwaschabschnitt 42 und einem ersten Regenerierabschnitt 44 besteht. Durch im Gegenstrom geführtes, regeneriertes Lösemittel, das von dem Nachkühler 57 kommend, der Absorberkolonne 40 über Leitung 56 zugeführt wird, werden im Absorptionsabschnitt 43 aus dem Gas die zu entfernenden Bestandteile ausgewaschen. Im Abschnitt 42 wird das Gas durch die rücklaufende leichter siedende Komponente des Lösemittels von Spuren der schwerer siedenden Komponente befreit. Im Kopfkondensator 45 wird diese leichter siedende Komponente durch Kondensation niedergeschlagen und schließlich im Abscheider 47 vom Gas abgetrennt. Das gereinigte Gas (der Raffinatstrom) verläßt die Anlage über Leitung 48, während die kondensierte leichter siedende Lösemittelkomponente über Leitung 49 oberhalb des Rückwaschabschnittes 42 auf die Kolonne 40 als Rücklauf aufgegeben wird.

Das sowohl mit aus dem Gas zu entfernenden Bestandteilen als auch mit koabsorbierten, aber eigentlich nicht auszuwaschenden Komponenten beladene Lösemittel gelangt aus dem Absorptionsabschnitt 43 in den ersten Regenerierabschnitt 44, in dem die koabsorbierten Komponenten durch im Aufkocher 50 erzeugten

Dampf wieder abgestrippt werden. Das Arbeitsprinzip und die Schaltung dieses Aufkochers sind identisch mit den Aufkochern 16 der Fig. 6b und 6c. Die leichter siedende Lösemittelkomponente wird hier beispielsweise über Leitung 55 aus dem Sumpf des Rückwaschabschnittes 42 abgezogen oder von außen über Leitung 31 herangeführt.

Das nur noch mit den Bestandteilen, die erwünschtermaßen aus dem Gas zu entfernen sind, beladene Lösemittel wird über Leitung 51 und Pumpe 52 aus dem Sumpf der Absorberkolonne 40 abgezogen. Ein kleiner Teilstrom wird über Leitung 54 und Ventil V41 in den Aufkocherkreislauf eingespeist, der größere Rest gelangt über Leitung 53 in den Wärmetauscher 58, in dem das beladene Lösemittel sich gegen heißes regeneriertes Lösemittel anwärmt. Ersteres wird schließlich über Leitung 1 in die Regenerierkolonne 2 eingespeist, die in Ausgestaltung und Funktion vollständig dem Beispiel der Fig. 6c entspricht.

Anwendbar ist die erfindungsgemäße Art der Lösemittelregenerierung auf viele sowohl chemische als auch physikalisch wirkende Absorptionsprozesse, und zwar auf solche, bei denen das hoch siedende Lösemittel eine gewisse Menge an einer leichter siedenden Komponente, z. B. Wasser oder auch Methanol, enthält. Auf dem Gebiet der chemischen Gaswäschen sind typische Lösemittel, mit denen das erfindungsgemäße Verfahren betreibbar ist, z. B. die Aminwäschen (MEA = Monoethylamin, DEA = Dimethylamin, MDEA = Methyldiethanolamin, DGA = Diglycolamin, TEA = Triethanolamin, DIPA = Diisopropanolamin usw.), die alle aus einer wäßrigen Lösung des Amins bestehen oder aber eine andere leicht siedende Komponente wie Methanol enthalten. Bei den physikalischen Absorptionsprozessen eignen sich wieder Lösemittel, bei denen eine relativ schwere Hauptkomponente und ein gewisser Anteil einer leichteren Komponente vorhanden sind. Bekannte derartige Gemische sind z. B. die Mischungen von NMP = N-Methylpyrrolidon, DMF = Dimethylformamid, NFM = N-formylmorpholin, DMPU = Dimethylpropylenurea, Polyethylenglykolethern und anderen organischen Lösungsmitteln jeweils mit Wasser. Um nur ein Beispiel zu nennen: Bei dem Linde-SOLINOX-Verfahren zur Rauchgasreinigung kann die Ausschleusung der im Prozeß gebildeten Schwefelsäure und deren Salze statt über Ionentauscher auch mit dem erfindungsgemäßen Eindampfprozeß erfolgen.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Entfernen störender schwer siedender oder auch fester Komponenten aus dem Lösemittelkreislauf von regenerierbaren Absorptionsprozessen, wie z. B. Gaswäschen, Flüssig/flüssig-Extraktionen oder Extraktivdestillationen, bei denen die Regenerierung des Lösemittels durch Abstreifen der absorbierten Komponenten in zumindest einer Regenerierstufe erfolgt, das Lösemittel zumindest je eine schwerer siedenden Hauptkomponente und eine leichter siedende Nebenkomponekte enthält, und die Entfernung der störenden schwer siedenden oder festen Komponenten durch Eindampfen des Lösemittels erfolgt, dadurch gekennzeichnet, daß

— zumindest eine der Regenerierstufen mit mindestens einem Aufkocher (10, 10a, 10b, 16) bestückt ist, der als taktweise betriebener Eindampfer arbeitet, so daß die zu entfernenden

Komponenten in ihm oder in seinem Kreislauf zunächst angereichert und dann aus dem Prozeß ausgeschleust werden,

— diesem oder diesen als Eindampfer arbeitenden Aufkochern neben dem einzudampfenden Lösemittelstrom noch ein weiterer Strom (über Leitung 14) zugeführt wird, der aus der leichter siedenden Nebenkompente des Lösemittels besteht oder in dem diese Nebenkompente zumindest angereichert ist, und — der in diesem oder diesen als Eindampfern arbeitenden Aufkochern (10, 10a, 10b, 16) erzeugte Dampf in der Regenerierstufe als Strippdampf verwendet wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der erwähnte weitere Strom, der aus der leichter siedenden Lösemittelkomponente besteht oder in dem die leichter siedende Lösemittelkomponente zumindest angereichert ist, von außen in den Prozeß eingeführt wird (über Leitung 31), wobei zum Ausgleich der Massenbilanz des Absorptionsprozesses an anderer Stelle des Verfahrens eine äquivalente Menge an leichter siedender Komponente ausgeschleust wird (über Leitung 32).

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der erwähnte weitere Strom, der aus der leichter siedenden Lösemittelkomponente besteht oder in dem die leichter siedende Lösemittelkomponente zumindest angereichert ist, an geeigneter Stelle des Verfahrensablaufes im Prozeß selbst erzeugt wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der erwähnte weitere Strom, der aus leichter siedenden Lösemittelkomponente besteht oder in dem die leichter siedende Lösemittelkomponente angereichert ist, teilweise von außen in den Prozeß eingeführt wird, wobei zum Ausgleich der Massenbilanz des Absorptionsprozesses an anderer Stelle des Verfahrens eine äquivalente Menge an leichter siedender Komponente ausgeschleust wird, der erwähnt weitere Strom teilweise aber auch an geeigneter Stelle des Verfahrensablaufs im Prozeß selbst erzeugt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der erwähnte weitere Strom, der aus der leichter siedenden Lösemittelkomponente besteht oder in dem die leichter siedende Lösemittelkomponente zumindest angereichert ist, einer gesonderten Strippung unterworfen wird, bevor er dem oder den als Eindampfern betriebenen Aufkochern zugeführt wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß für den oder die eindampfenden Aufkocher entweder Kettle Typ-Verdampfer (16) oder eine Kombination aus einem Thermosyphon (10) und einem Abscheider (13) verwendet werden.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eine der Regenerierstufen über zumindest eine Aufkocher verfügt, mit dessen Hilfe der Gehalt an der oder den leichter siedenden Komponenten im Lösemittelkreislauf auf einem gewünschte vorgegebenen Wert gehalten wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß dem oder den als Eindampfern arbeitenden Aufkochern stets mindestens soviel von der leichter siedenden Lösemittel-

komponenten zugeführt wird, daß die zu entfernen, schwer siedenden Komponenten in Lösung gehalten werden.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Vorgang des Ausschleusens der angereicherten, schwer siedenden oder auch festen Komponenten aus dem oder den als Eindampfern arbeitenden Aufkochern in der Weise erfolgt, daß vor dem Ablassen des Inhalts der Aufkocher zunächst die Zufuhr des einzudampfenden Lösemittelstromes unterbrochen, die des erwähnten weiteren Stromes (der aus leichter siedenden Lösemittelkomponenten besteht oder in dem die leichter siedende Lösemittelkomponente zumindest angereichert ist) aber weiterhin aufrecht erhalten wird, so daß die schwer siedende Hauptkomponente des Lösemittels in dem Inhalt der Aufkocher mit der Zeit durch Verdampfen abgereichert wird.

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Vorgang des Abreicherns der schwerer siedenden Hauptkomponente des Lösemittels solange fortgesetzt wird, bis diese aus dem Inhalt der Aufkocher praktisch vollständig entfernt ist, so daß die zu entfernenden schwer siedenden Komponenten nur noch in der leichter siedenden Nebenkompente des Lösemittels gelöst sind, und erst dann der Inhalt der Aufkocher aus diesen abgelassen wird.

11. Vorrichtung zur Durchführung eines der Verfahren der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch zwei Aufkocher (10a, 10b) an der Regeneriersäule (2) und eine Steuerung, die deren taktweisen Betrieb ermöglicht.

Hierzu 10 Seite(n) Zeichnungen

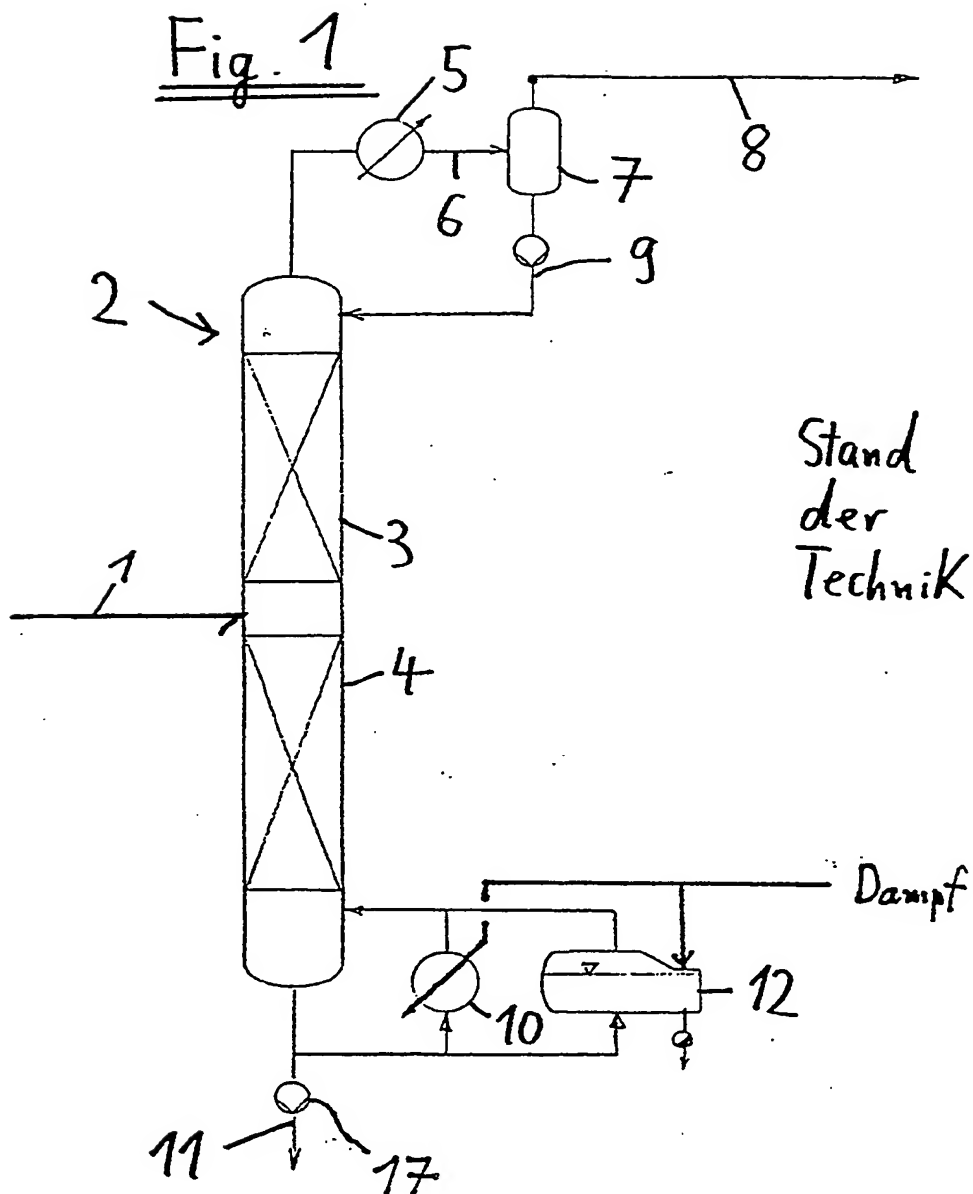


Fig. 2a

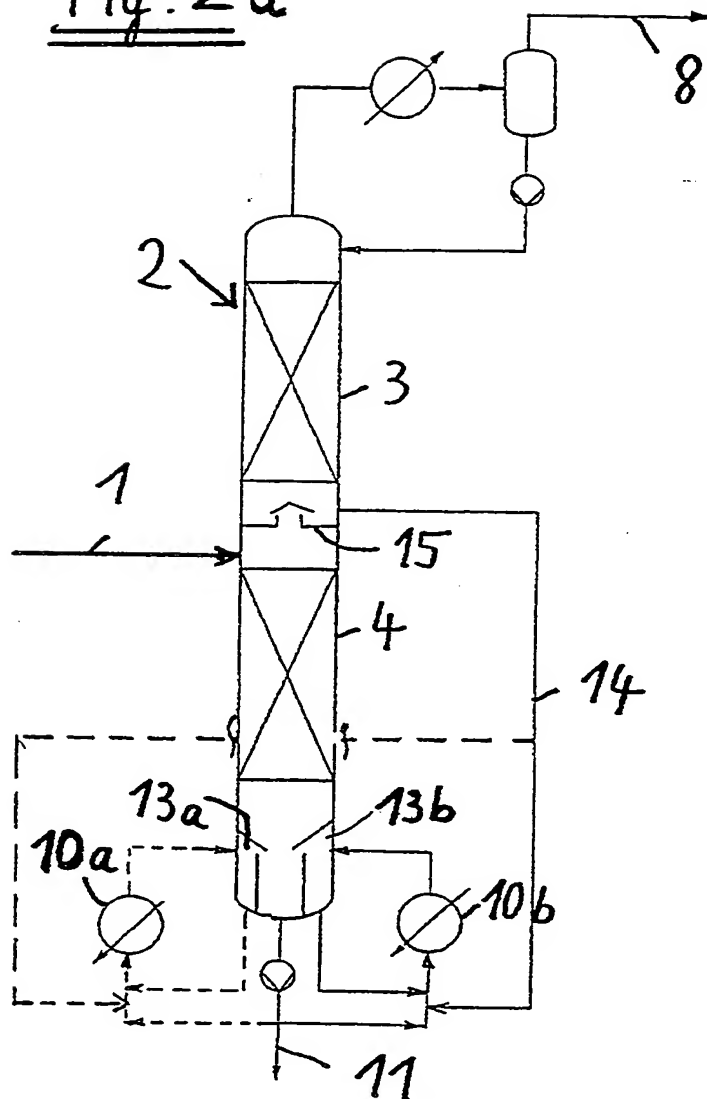


Fig. 2b

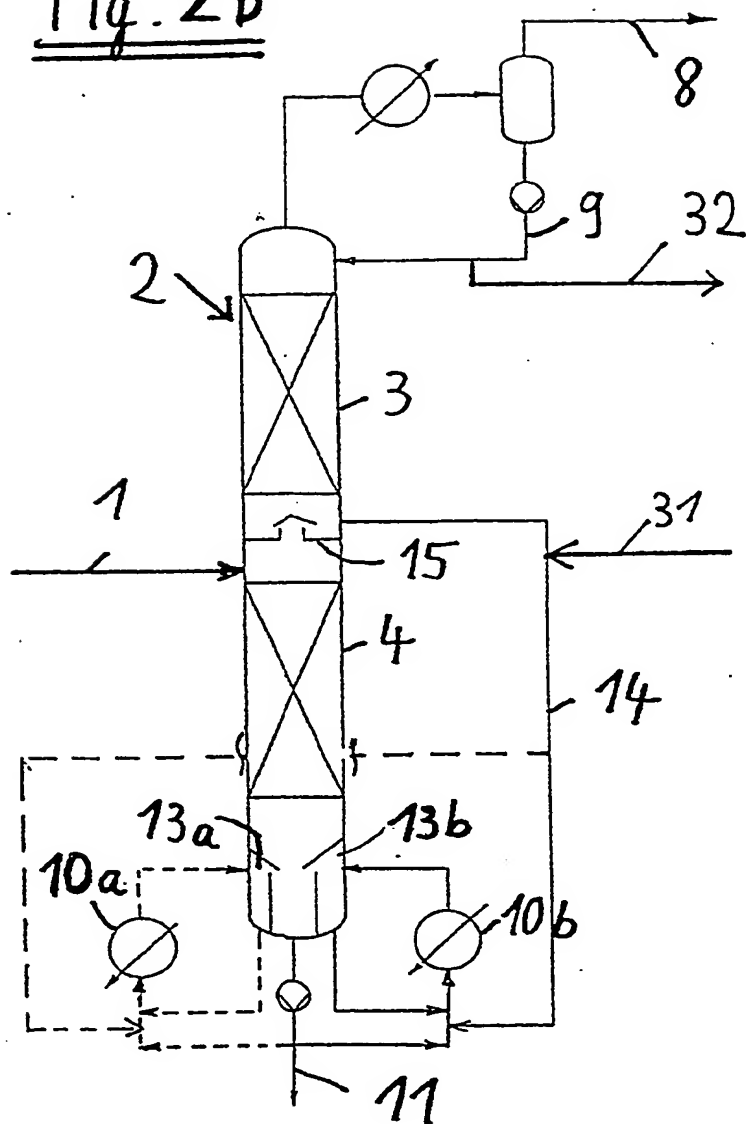


Fig. 3

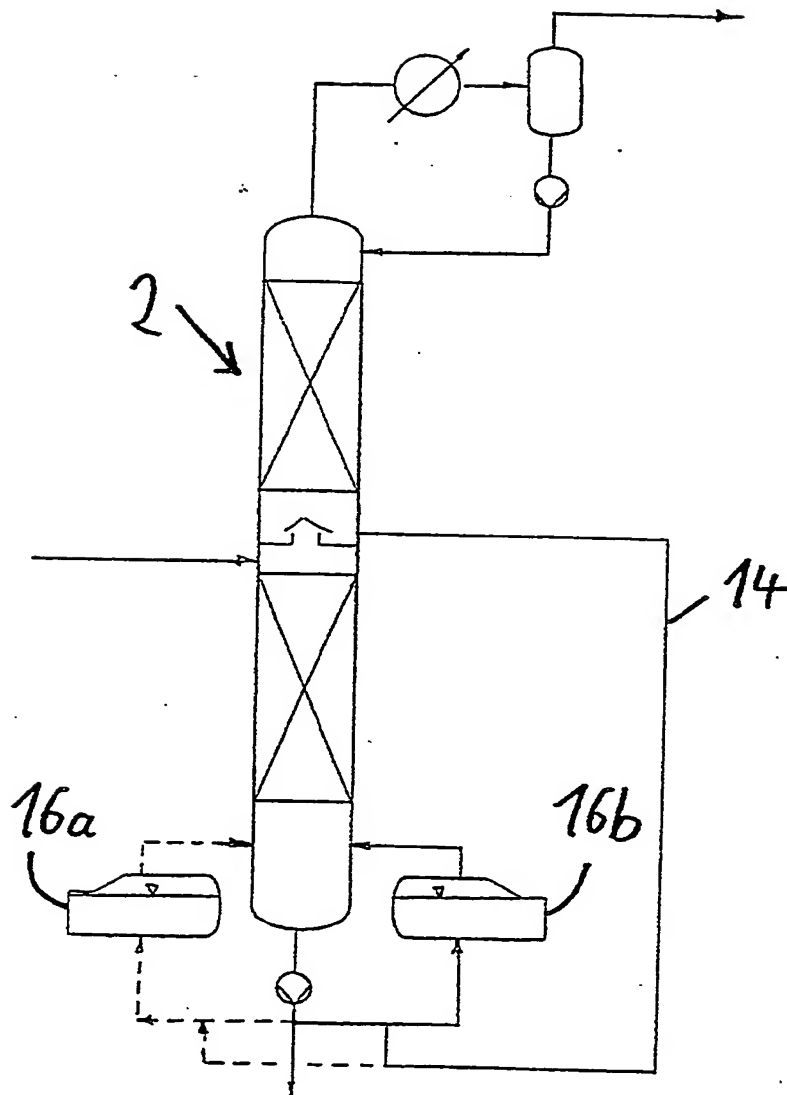
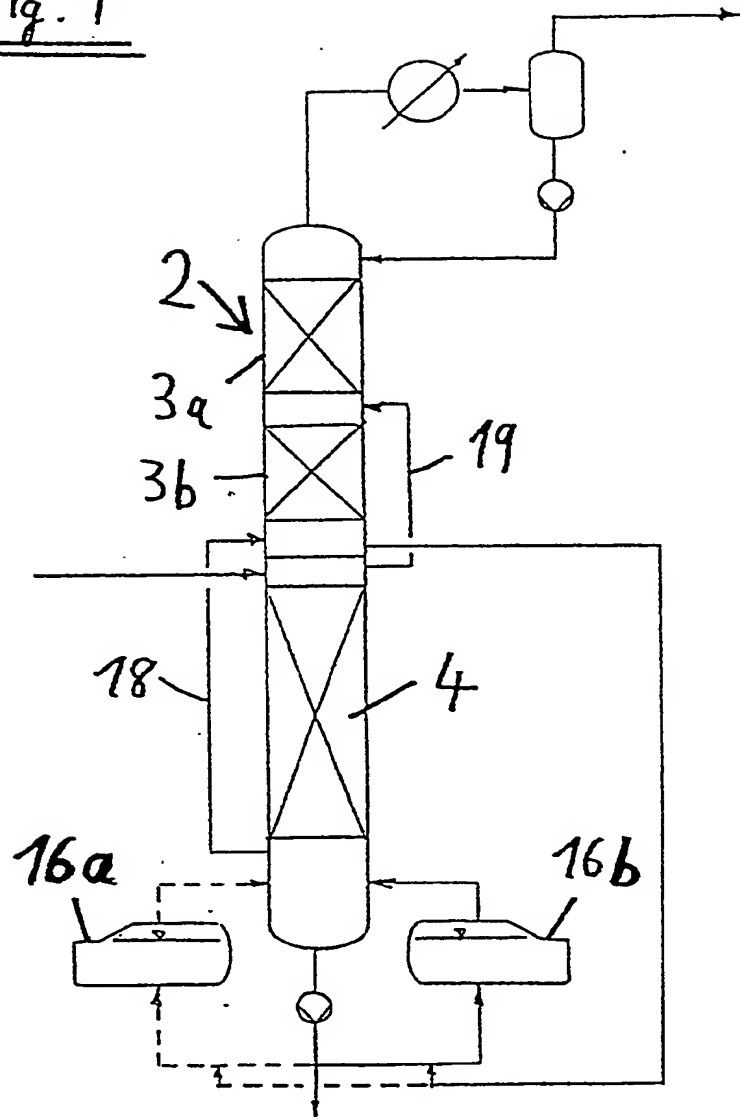


Fig. 4



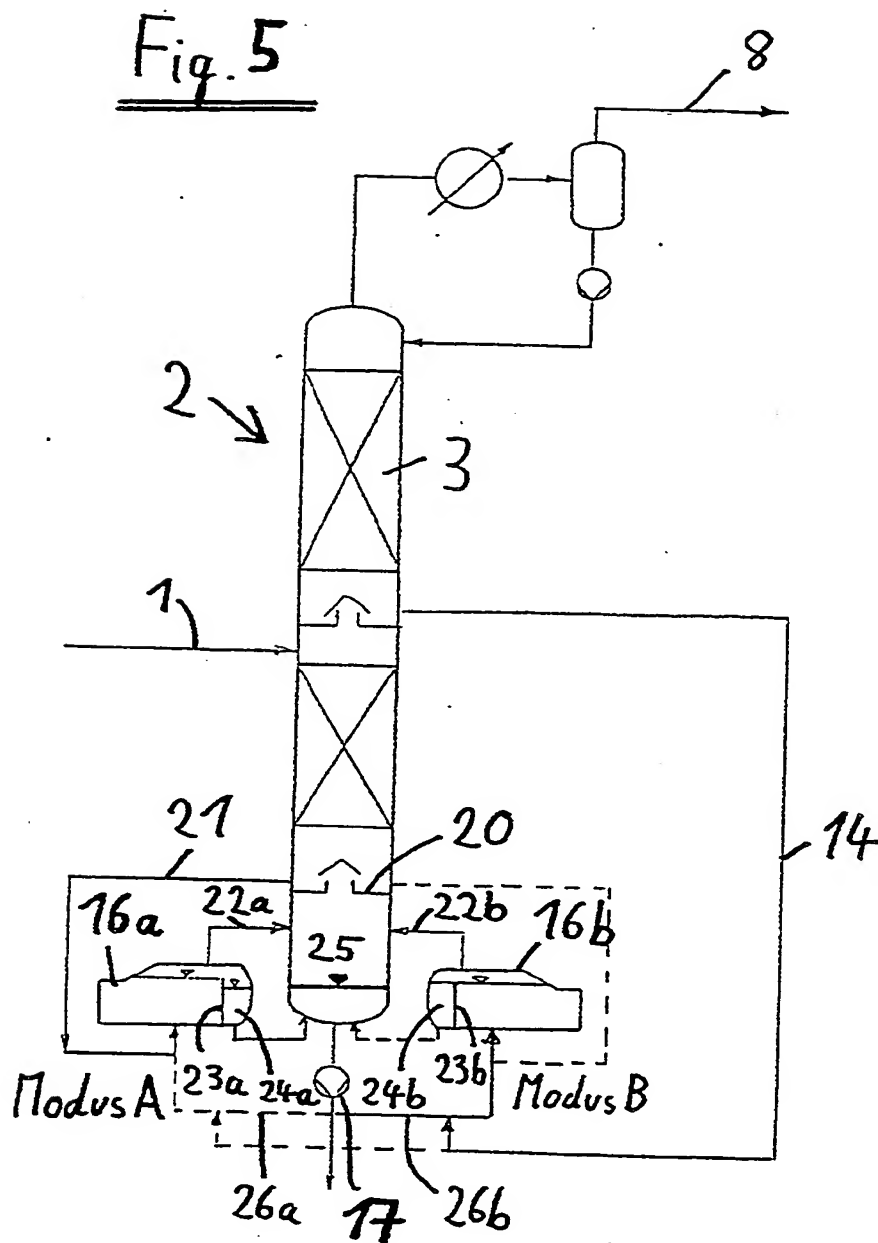


Fig. 6 a

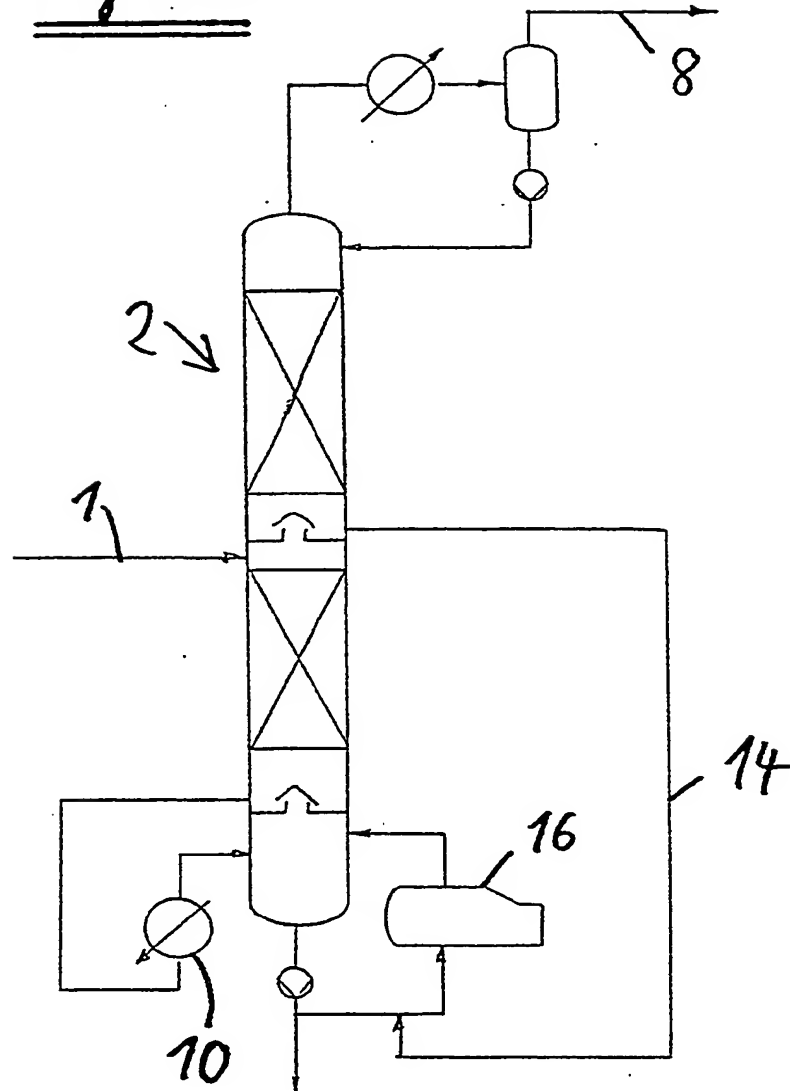


Fig. 6b

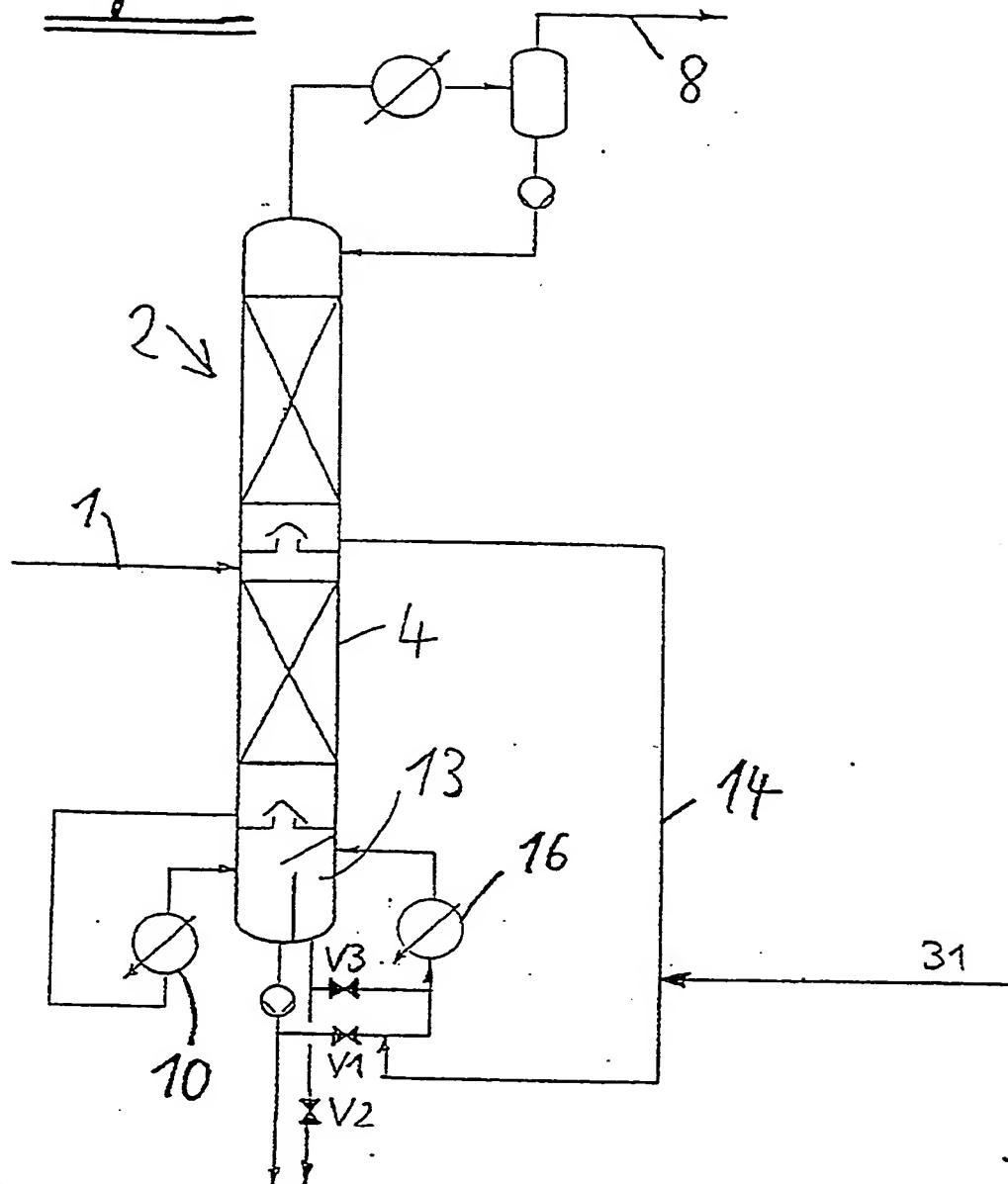
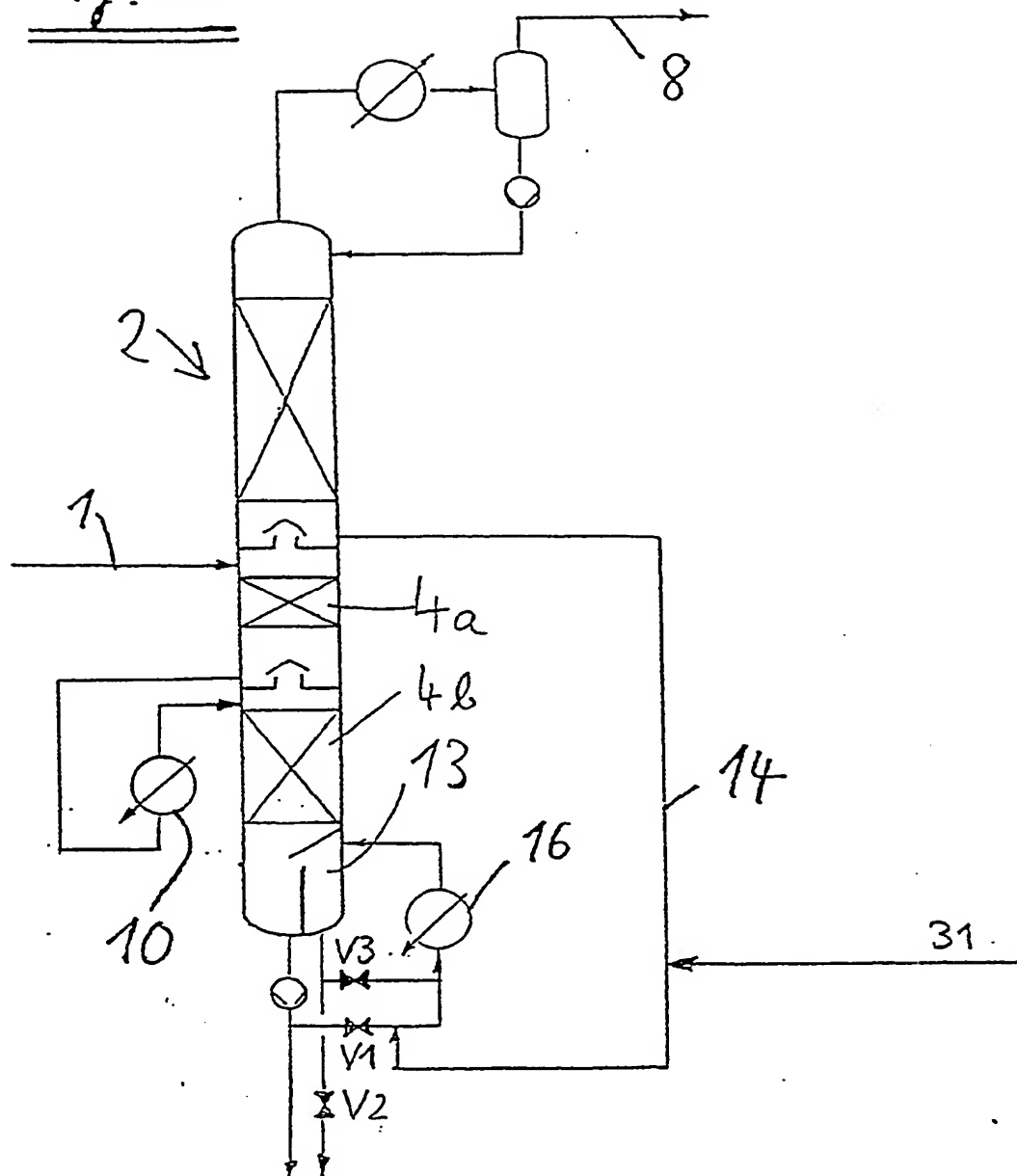


Fig. 6c



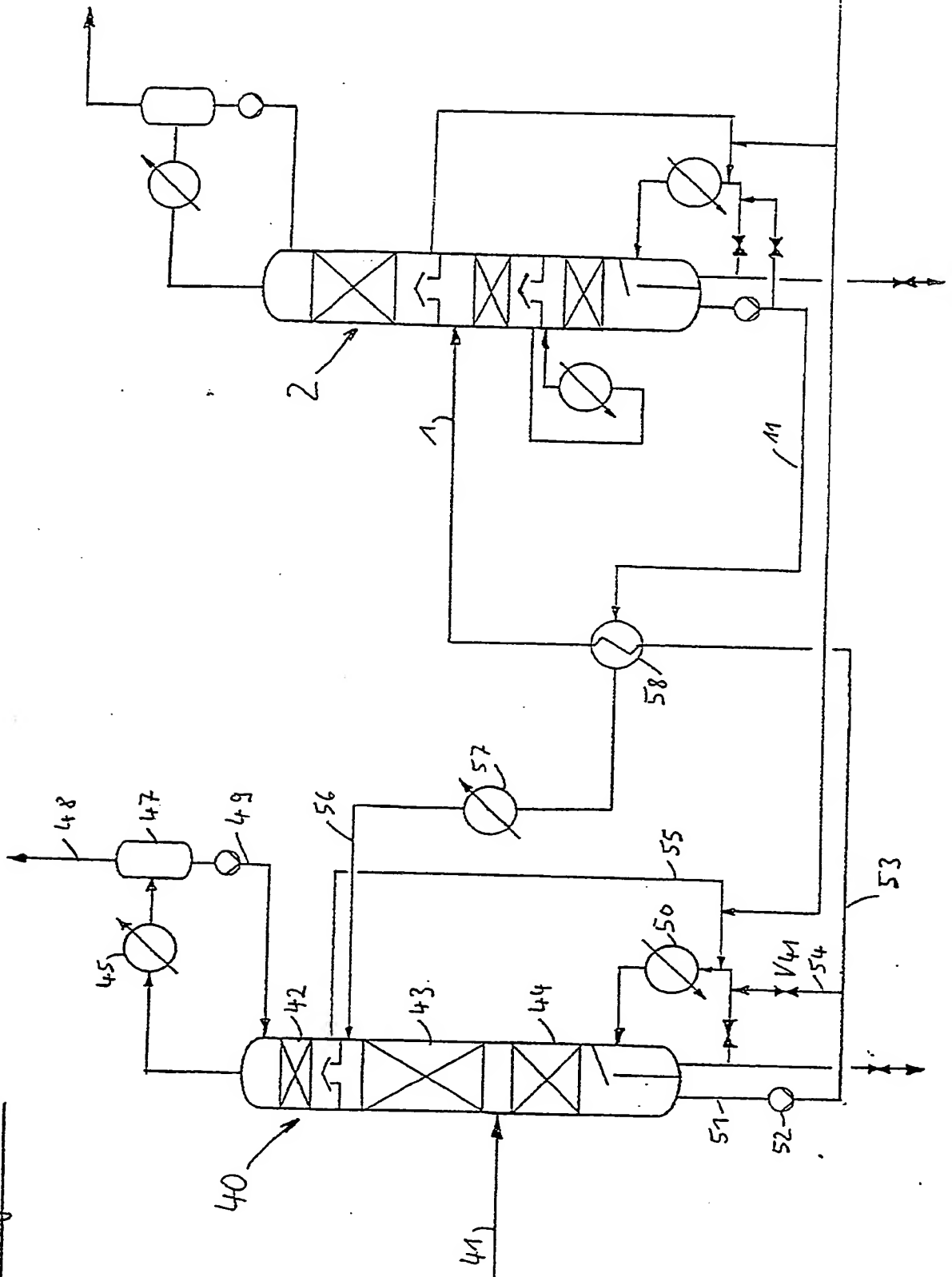


Fig. 7

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)